

⑪ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication : 2 782 086

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national : 98 09999

⑬ Int Cl⁷ : C 08 F 220/54, C 08 F 2/32, 4/40, C 08 L 33/24,
A 61 K 47/32, 7/48, 9/107, 7/06, 7/40, 7/50 // (C 08 F 220/54,
220:26)

⑫ DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑭ Date de dépôt : 04.08.98.

⑮ Priorité :

⑯ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 11.02.00 Bulletin 00/06.

⑰ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑱ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑲ Demandeur(s) : SOCIÉTÉ D'EXPLOITATION DE PRO-
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC
Société anonyme — FR.

⑳ Inventeur(s) : BOITEUX JEAN PIERRE, MALLO
PAUL et TABACCHI GUY.

㉑ Titulaire(s) :

㉒ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉ-
DES GEORGES CLAUDE.

㉓ NOUVEAU LATEX ÉPAISSISSANT À BASE D'ACIDE 2-MÉTHYL 2-[(1-OXO 2-PROPÉNYL) AMINO] 1-
PROPANESULFONIQUE, COPOLYMERISÉ AVEC L'ACRYLATE DE (2-HYDROXYÉTHYLE), PROCÉDE DE
PRÉPARATION ET APPLICATIONS EN COSMÉTIQUE.

㉔ Composition comprenant une phase huile, une phase
aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans
huile (E/ H), au moins un agent émulsifiant de type huile
dans eau (H/ E), caractérisée en ce que ladite composition
est un latex inverse comprenant de 20% à 60% en poids, et
de préférence de 25% à 45% en poids, d'un poly électrolyte
anionique, branché ou réticulé, à base d'acide 2-méthyl 2-
[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement
ou totalement salifié, co-polymérisé avec l'acrylate de
(2-hydroxy éthyle). Applications en cosmétique.

FR 2 782 086 - A1



5 La présente demande concerne des latex eau dans huile épaississants, leur procédé de préparation et leur application en tant qu'épaississant et/ou émulsionnant pour des produits de soins de la peau et des cheveux ou pour la fabrication de préparations cosmétiques, dermopharmaceutiques ou pharmaceutiques.

10 Différents épaississants existent et sont déjà utilisés pour ces usages. On connaît en particulier les produits naturels tels que les gommés de guar ou l'amidon mais dont les inconvénients sont ceux inhérents aux produits naturels, tels que la fluctuation des cours, les difficultés d'approvisionnement et une qualité aléatoire.

15 Les polymères synthétiques sous forme de poudre, principalement les polyacides acryliques sont également largement utilisés mais présentent l'inconvénient de nécessiter une neutralisation lors de l'utilisation, car ils ne développent leur viscosité qu'à partir d'un pH > 6.5 et leur mise en solution est souvent fastidieuse.

20 Il existe aussi des polymères épaississants synthétiques, se présentant sous forme de latex inverse, c'est-à-dire dont la phase continue est une huile. La mise en solution de ces latex est extrêmement rapide ; les polymères contenus dans ces latex inverses sont le plus souvent des copolymères acrylamide / acrylate de métal alcalin ou acrylamide/acrylamido 2-méthyl 2-propanesulfonate de sodium ; ils sont déjà neutralisés et lorsqu'ils sont mis en solution dans l'eau, par exemple à une concentration de 1%, on observe que le pH est généralement supérieur à 6.

25 Les copolymères acrylamide/acrylate de sodium ne développent cependant pas de propriétés épaississantes importantes lorsqu'on abaisse le pH en dessous de 6 ; par contre les copolymères acrylamide/acrylamido 2-méthyl 2-propanesulfonate de sodium décrits dans EP 0 503 853, gardent une capacité épaississante importante même à pH 4.

30 Cependant, de tels copolymères présentent des teneurs en acrylamide qui, bien qu'extrêmement faibles, pourraient conduire à rendre leur utilisation en cosmétique

impossible dans un futur proche, suite à l'évolution de la législation européenne sur les substances dangereuses.

D'autre part, les émulsions préparées avec les copolymères cités ci-dessus ont généralement tendance à immédiatement se casser sur la peau, ceci à cause de la
5 dénaturation du polymère émulsionnant due à la présence d'électrolytes, et à permettre la coalescence des gouttelettes de phase grasse dispersées dans l'émulsion, pour former un film huileux au contact de la peau. Cet effet de déphasage des émulsions est connu de l'homme du métier sous le nom de "quick break effect". Dans la demande de brevet européen publiée sous le numéro EP 0268164, il est décrit une émulsion huile dans eau
10 ayant un bon "quick break effect" contenant un copolymère acide (ou anhydride) carboxylique mono insaturé en C_3-C_6 / (méth.)acrylate d'alkyle à courte chaîne ; dans le brevet américain publié sous le numéro US 5,004,598 il est décrit une émulsion huile dans eau ayant un bon "quick break effect" contenant un copolymère acide (ou anhydride) carboxylique mono insaturé en C_3-C_6 / (méth.)acrylate d'alkyle à longue
15 chaîne.

La demanderesse s'est donc intéressée à la synthèse et à la mise au point de polymères épaississants, même en pH acide, sous forme de latex inverse sans utiliser de mono-acrylamide et qui induise sur la peau un "quick break effect" amélioré par rapport à celui engendré par les polymères de l'état de la technique.

20 L'invention a pour un objet une composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), caractérisée en ce que ladite composition est un latex inverse comprenant de 20% à 60% en poids, et de préférence de 25% à 45% en poids, d'un poly électrolyte anionique, branché ou réticulé, à base d'acide
25 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement ou totalement salifié, co-polymérisé avec de l'acrylate de (2-hydroxy éthyle).

Par "agent émulsifiant du type eau dans huile", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur HLB suffisamment faible pour fournir des émulsions eau dans huile tels que les polymères tensioactifs commercialisés sous le nom de
30 HYPERMER® ou tels que les extraits de sorbitan, comme le mono oléate de sorbitan

commercialisé par la Société SEPPIC sous le nom de marque Montane 80® ou l'iso stéarate de sorbitan commercialisé par SEPPIC sous le nom de Montane 70®.

Par "agent émulsifiant du type huile dans eau", on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions
5 huile dans l'eau tels que les esters de sorbitan éthoxylés comme l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène.

Par polymère branché, on désigne un polymère non linéaire qui possède des chaînes pendantes de manière à obtenir, lorsque ce polymère est mis en solution dans l'eau, fort état d'enchevêtrement conduisant à des viscosités à bas gradient très
10 importantes.

Par polymère réticulé, on désigne un polymère non linéaire se présentant à l'état de réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau, mais gonflable à l'eau et conduisant donc à l'obtention d'un gel chimique.

La composition selon l'invention peut comporter des motifs réticulés
15 et/ou des motifs branchés.

L'invention a aussi pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que 30% à 90%, de préférence 50% à 90% en proportions molaires, des motifs monomériques que le poly-électrolyte anionique comprend, est l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique
20 partiellement ou totalement salifié sous forme d'un sel de métal alcalin ou d'un sel d'ammonium, et plus particulièrement une composition telle que définie précédemment, pour laquelle le poly- électrolyte anionique comporte, en proportions molaires, de 60% à 90% de sel de sodium ou de sel d'ammonium de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propanesulfonique et de 10% à 40% d'acrylate de (2-hydroxy éthyle).

L'invention a notamment pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que le poly électrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou poly éthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01% à 0,2% et, de préférence celle pour laquelle l'agent de réticulation et/ou l'agent
25 30 de ramification est choisi parmi le diméthacrylate d'éthylène glycol, le diallyloxyacétate

de sodium, le diacrylate d'éthylène glycol, le diallyl urée, le triméthylol propanetriacrylate, le méthylène bis(acrylamide) ou le chlorure de diallyl diméthyl ammonium.

Le latex selon l'invention contient généralement de 2,5% à 15% en poids, et de préférence de 4% à 9% en poids, d'agents émulsifiants, parmi lesquels de 20% à 50%, notamment de 25% à 40% du poids total des agents émulsifiants présents sont du type eau dans huile (E/H) et dans laquelle de 80% à 50%, notamment de 75% à 60%, du poids total des agents émulsifiants, sont du type huile dans eau (H/E).

Selon un aspect particulier, la composition, telle que définie précédemment, est caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%, de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

Cette phase huile est constituée soit par une huile minérale commerciale contenant des hydrocarbures saturés de type paraffine, iso- paraffine, cyclo-paraffine, présentant à température ambiante, une densité entre 0.7 et 0.9 et un point d'ébullition supérieur à 180°C, telle que par exemple l'Exxsol D 100 S commercialisé par EXXON ou l'iso hexadécane commercialisé par BAYER, soit par une huile végétale, soit une huile de synthèse, soit par un mélange de plusieurs de ces huiles.

Les latex contiennent entre 20 % et 50 % d'eau. Les latex selon l'invention peuvent également contenir divers additifs tels que des agents complexant, des agents de transfert ou des agents limiteurs de chaîne.

Selon un autre aspect de la présente invention, celle-ci a pour objet un procédé de préparation de la composition telle que définie précédemment, caractérisé en ce que :

a) l'on émulsionne une solution aqueuse contenant les monomères et les éventuels additifs, dans une phase huile en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type eau dans huile,

b) l'on amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler,

c) lorsque la réaction de polymérisation est terminée, l'on introduit un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

Selon une variante de ce procédé, le milieu réactionnel issu de l'étape b),
5 est concentré par distillation, avant la mise en œuvre de l'étape c).

Selon une mise en œuvre préférée du procédé tel que défini précédemment, la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydoréducteur générateur d'ions hydrogénosulfite (HSO_3^-), tel que le couple hydroperoxyde de cumène-disulfite de sodium, ou le couple hydroperoxyde de cumène-chlorure de thionyle
10 (SOCl_2) à une température inférieure ou égale à 10°C, puis conduite soit de manière quasi adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 40°C, soit en contrôlant la température.

Selon une autre mise en œuvre préférée du procédé, la solution aqueuse de départ est ajustée à un pH inférieur ou égal à 3,5 avant la mise en œuvre de l'étape c).
15 L'invention a aussi pour objet l'utilisation de la composition telle que définie précédemment pour préparer une composition topique cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique.

Une composition topique selon l'invention, destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses de l'homme ou de l'animal, peut consister en une émulsion
20 topique comprenant au moins une phase aqueuse et au moins une phase huile. Cette émulsion topique peut être du type huile dans eau. Plus particulièrement, cette émulsion topique peut consister en une émulsion fluide, telle un lait ou un gel fluide. La phase huile de l'émulsion topique peut consister en un mélange d'une ou plusieurs huiles.

Une composition topique selon l'invention peut être destinée à une
25 utilisation cosmétique ou être utilisée pour préparer un médicament destiné au traitement des maladies de la peau et des muqueuses. Dans ce dernier cas, la composition topique comporte alors un principe actif qui peut par exemple consister en un agent anti-inflammatoire, un myorelaxant, un antifongique ou un antibactérien.

Lorsque la composition topique est utilisée en tant que composition
30 cosmétique destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses, elle peut ou non

comporter un principe actif, par exemple un agent hydratant, un agent bronzant, un filtre solaire, un antirides, un agent à visée amincissante, un agent anti-radicalaire, un agent anti-acnéique ou un antifongique.

Une composition topique selon l'invention comporte habituellement entre
5 0,1 % et 10 % en poids de l'agent épaississant défini ci-dessus. Le pH de la composition topique est de préférence supérieur ou égal à 5.

La composition topique peut en outre comporter des composés classiquement compris dans ce type de compositions, par exemple des parfums, des conservateurs, des colorants, des émoullients ou des tensioactifs.

10 Selon encore un autre aspect, l'invention concerne l'utilisation du nouvel agent épaississant conforme à l'invention mentionné ci-dessus, pour épaissir et émulsionner une composition topique comprenant au moins une phase aqueuse.

La composition selon l'invention est un substitut intéressant à celles vendues sous le nom SEPIGEL[®] 305 ou SEPIGEL[®] 501 par la demanderesse, car elle
15 présente aussi une bonne compatibilité avec les autres excipients utilisés pour la préparation de formulations telles que les laits, les lotions, les crèmes, les savons, les bains, les baumes, les shampooings ou les après shampooings.

Elle est notamment compatible avec les concentrés décrits et revendiqués dans les publications internationales WO 92/06778, WO 95/04592, WO95/13863 ou
20 FR 2734 496, avec les agents tensioactifs décrits dans WO 93/08204.

Elle est particulièrement compatible avec le MONTANOV[®] 68, le MONTANOV[®] 82 ou le SEPIPERL[®] N. Elle peut également être utilisée dans des émulsions du type de celles décrites et revendiquées dans EP 0 629 396 et dans les dispersions aqueuses cosmétiquement ou physiologiquement acceptables avec un
25 composé organo-polysiloxane choisi, par exemple parmi ceux décrits dans

WO 93/05762 ou dans WO 93/21316

Elle peut également être utilisée pour former des gels aqueux à pH acide cosmétiquement ou physiologiquement acceptables, tels que ceux décrits dans WO 93/07856; elle peut également être utilisée en association avec des celluloses non-
30 ioniques, pour former par exemple des gels de coiffage tels que ceux décrits dans

EP 0 684 024, ou encore en association avec des esters d'acides gras et de sucre, pour former des compositions pour le traitement du cheveux ou de la peau telles que celles décrites dans EP 0 603 019. ou encore dans les shampooings ou après shampooings tels que décrits et revendiqués dans WO 92/21316 ou enfin en association avec un homo- polymère anionique tels que le CARBOPOL® pour former des produits de traitement des cheveux comme ceux décrits dans DE 195 23596.

La composition selon l'invention est également compatible avec les principe actifs tels que par exemple, les agents autobronzants comme le dihydroxyacétone (DHA) ou les agents anti-acné; elle peut donc être introduite dans des compositions auto-bronzantes comme celles revendiquées dans EP 0 715 845, EP 0 604249, EP 0576188 ou dans WO 93/07902.

Elle est également compatible avec les dérivés N-acylés d'acides aminés, ce qui permet son utilisation dans des compositions apaisantes notamment pour peau sensible, telles que celles décrites ou revendiquées dans WO 92/21318, WO 94/27561, ou WO 98/09611.

Les exemples qui suivent ont pour but d'illustrer la présente invention sans toutefois la limiter.

Exemple 1:

a) On charge dans un bécher, sous agitation :

- 608,8 g d'une solution commerciale à 50% du sel de sodium de l'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propényle) amino] 1-propanesulfonique,
 - 72,6 g d'acrylate de (2-hydroxy éthyle),
 - 0,18 g de diéthylène triaminepentacétate de sodium, et
 - 0,121 g de méthylène bis(acrylamide,)
- le pH de la phase aqueuse précédemment décrit est ajusté à 3,5, par ajout de 0,7g d'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propényle) amino] 1-propanesulfonique.

Parallèlement, on prépare une phase organique en introduisant dans un bécher agité successivement :

- 220 g d'iso hexadécane,

- 25 g de Montane 80 VG (oléate de sorbitan éthoxylé à 20 moles d'oxyde d'éthylène, commercialisé par SEPPIC) et

- 0,2 g d'azo bis(isobutyronitrile).

La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique puis soumise à une agitation mécanique violente de type ultra-turrax® commercialisé par IKA.

L'émulsion obtenue, caractérisée par une viscosité 25°C de 2600mPas (Brookfield RVT, axe 4, vitesse 20), est alors transférée dans un réacteur de polymérisation. L'émulsion est soumise à un barbotage d'azote important de manière à éliminer l'oxygène et refroidit à environ 5-6°C.

On introduit alors 10g d'une solution à 1,1% en poids de matière active d'hydroperoxyde de cumène dans l'iso hexadécane. Après un temps suffisant pour une bonne homogénéisation de la solution, on introduit en environ 25 minutes, 25g d'une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (solution à 0,2%). Pendant cette introduction, on laisse monter la température dans le réacteur de polymérisation jusqu'à la température finale de polymérisation puis on maintient le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température. L'ensemble est ensuite refroidi jusqu'à une température d'environ 35°C et on introduit lentement 50 g de Montanox ® 80 VG.

On obtient l'émulsion désirée

Evaluation des propriétés

- Viscosité à 20°C du latex à 3% dans l'eau (Brookfield RVT, Mobile 6, vitesse 20):

$\eta = 36700 \text{ mPas}$; le pH est de 5,1.

On abaisse le pH à 3,7 et l'on obtient alors le résultat suivant: $\eta = 31000$

mPas

On constate que le produit final est exempt d'acrylamide.

B) En opérant de la même manière qu'au paragraphe A) en abaissant la quantité de méthylène bis(acrylamide) de 0,121 g à 0,091g, on obtient une émulsion ayant les caractéristiques de viscosité suivantes :

-Viscosité à 20°C du latex à 3% dans l'eau (Brookfield RVT Mobile 6,

vitesse 20):

$\eta = 33000$ mPas ; le pH est de 5,2.

Après abaissement du pH, on obtient les résultats suivants :

à pH = 4,0, $\eta = 31000$ mPas ;

5 à pH = 2,8, $\eta = 18300$ mPas .

On constate que le produit final est exempt d'acrylamide.

C) En opérant de la même manière qu'au paragraphe A) en abaissant le quantité de méthylène bis(acrylamide) de 0,121 g à 0,084g, celle d'acrylate de (2-hydroxy éthyle) de 72,6 g à 53g , et en augmentant la quantité de solution commerciale à 10 50% du sel de sodium de l'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propényl) amino] 1-propane sulfonique de 608,8g à 628g, on obtient une émulsion ayant les caractéristiques de viscosité suivantes :

-Viscosité à 20°C du latex à 3% dans l'eau (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20):

15 $\eta = 27400$ mPas ; le pH est de 5,2.

Après abaissement du pH, on obtient les résultats suivants :

à pH = 4,0, $\eta = 27400$ mPas ;

à pH = 2,8, $\eta = 18200$ mPas .

On constate que le produit final est exempt d'acrylamide.

20 D) on prépare avec chacun des latex préparés aux paragraphes A à C précédents, des formules cosmétiques comprenant :

0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 2,5% ou 3% de latex

5% de SIMULSOL 165,

20% de LANOL 1688

25 0,5% de SEPICIDE HB

eau qsp 100%

On constate que le toucher de ces émulsions est très particulier à partir de 1% de polymère dans la solution et que cette différence s'accroît avec l'augmentation de la concentration ; il s'agit d'un toucher très frais au début qui fond complètement sur 30 la peau, toucher que l'on ne ressent pas du tout avec les latex d'état de la technique .

Les exemples suivants mettent en œuvre indifféremment les émulsions préparées selon l'un des paragraphes A, B ou C.

Exemple 2: Crème de soin

	Cyclométhicone:	10%
5	Composé de l'exemple 1:	0,8%
	MONTANOV [®] 68:	4,5%
	conservateur:	0,65%
	Lysine:	0,025%
	EDTA (sel disodique):	0,05%
10	Gomme de xanthane:	0,2%
	Glycérine:	3%
	eau:	q.s.p. 100%

(Le MONTANOV[®] 68 (cétéaryl glucoside), est une composition auto-émulsionnable telle que décrite dans WO 92/06778, commercialisée par la société SEPPIC)

Exemple 3: Crème de soin

	Cyclométhicone:	10%
	Composé de l'exemple 1:	0,8%
	MONTANOV [®] 68:	4,5%
20	Perfluoropolyméthylisopropylether:	0,5%
	conservateur:	0,65%
	Lysine:	0,025%
	EDTA (sel disodique):	0,05%
	PEMULEN [®] TR:	0,2%
25	Glycérine:	3%
	eau:	q.s.p. 100%

(PEMULEN[®] TR est un polymère acrylique commercialisé par GOODRICH).

Exemple 4: Baume après-rasage

30 FORMULE

5	A	Composé de l'exemple 1:	1,5%
		eau:	q.s.p 100%
	B	MICROPEARL [®] M 100:	5,0%
		SEPICIDE [®] CI:	0,50%
		Parfum:	0,20%
		éthanol 95°:	10,0%

(Le MICROPEARL[®] M 100 est une poudre ultra fine au toucher très doux et à action matifiante commercialisée par la société MATSUMO)

(Le SEPICIDE[®] CI ,imidazoline urée, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A.

Exemple 5: Emulsion satinée pour le corps

FORMULE

15	A	SIMULSOL [®] 165:	5,0%
		LANOL [®] 1688:	8,50%
		beurre de Karité:	2%
		huile de paraffine:	6,5%
		LANOL [®] 14M:	3%
20		LANOL [®] S:	0,6%
	B	eau:	66,2%
	C	MICROPEARL [®] M 100:	5%
	D	Composé de l'exemple 1:	3%
25	E	SEPICIDE [®] CI:	0,3%
		SEPICIDE [®] HB:	0,5%
		MONTEINE [®] CA:	1%
		parfum:	0,20%
		acétate de vitamine E:	0,20%
		Sodium pyrrolidinonecarboxylate:	1% (agent hydratant)

(Le SIMULSOL[®] 165 est du stéarate de glycérol auto-émulsionnable commercialisée par la société SEPPIC)

(Le LANOL[®] 1688 est un ester émollient à effet non gras commercialisé par la société SEPPIC)

5 (Le LANOL[®] 14M et le LANOL[®] S sont des facteurs de consistance commercialisés par la société SEPPIC)

(Le SEPICIDE[®] HB, (mélange de phénoxyéthanol/méthylparaben/éthylparaben/ propylparaben/butylparaben), est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC)

10 (Le MONTEINE[®] CA est un agent hydratant commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Ajouter C dans B, émulsionner B dans A à 70°C, puis ajouter D à 60°C puis E à 30°C.

15 **Exemple 6: Lait corporel**

FORMULE

20	A	SIMULSOL [®] 165:	5,0%
		LANOL [®] 1688:	12,0%
		LANOL [®] 14M:	2,0%
		alcool cétylique:	0,3%
		SCHERCEMOL [®] OP:	3%
	B	eau:	q.s.p. 100%
	C	Composé de l'exemple 1:	0,35%
	D	SEPICIDE [®] CI:	0,2%
25		SEPICIDE [®] HB:	0,5%
		parfum:	0,20%

(Le SCHERCEMOL[®] OP est un ester émollient à effet non gras)

MODE OPERATOIRE

Emulsionner B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C

Exemple 7: crème H/E**FORMULE**

5	A	SIMULSOL®165:	5,0%
		LANOL®1688:	20,0%
		LANOL® P:	1,0% (additif à effet stabilisant)
	B	eau:	q.s.p. 100%
	C	Composé de l'exemple 1:	2,50%
	D	SEPICIDE® CI:	0,20%
		SEPICIDE® HB:	0,30%

10 (Le LANOL® P est un additif à effet stabilisant commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 45°C

Exemple 8: gel solaire non gras15 **FORMULE**

	A	Composé de l'exemple 1:	3,00%
		eau:	30%
	B	SEPICIDE® CI:	0,20%
20		SEPICIDE® HB:	0,30%
		parfum:	0,10%
	C	colorant:q.s.p	
		eau:	30%
25	D	MICROPEARL® M 100:	3,00%
		eau:	q.s.p 100%
	E	huile de silicone:	2,0%
		PARSOL® MCX:	5,00%

(Le PARSOL® MCX est de l'octyl paraméthoxycinnamate; il est commercialisé par la société GIVAUDAN)

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A; ajouter C, puis D, puis E.

Exemple 9: Lait solaire

FORMULE

5	A	SEPIPERL [®] N:	3,0%
		huile de sésame:	5,0%
		PARSOL [®] MCX:	5,0%
		Carraghénane λ:	0,10%
	B	eau:	q.s.p. 100%
	C	composé de l'exemple 1:	0,80%
10	D	parfum:	q.s.
		conservateur:	q.s.

(Le SEPIPERL[®]N est un agent nacrant, commercialisé par la société SEPPIC, à base d'un mélange d'alkyl poly glucosides tels que ceux décrits dans WO 95/13863)

15 **MODE OPERATOIRE**

Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C et ajuster le pH si nécessaire

Exemple 10: Gel de massage

FORMULE

20	A	Composé de l'exemple 1:	3,5%
		eau:	20,0%
	B	colorant:	2 gouttes/100g
		eau:	q. s.
25	C	alcool:	10%
		menthol:	0,10%
	D	huile de silicone:	5,0%

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A; puis ajouter au mélange, C puis D

Exemple 11: gel soin de massage

30 **FORMULE**

5	A	Composé de l'exemple 1:	3,00%
		eau:	30%
	B	SEPICIDE® CI:	0,20%
		SEPICIDE® HB:	0,30%
		parfum:	0,05%
	C	colorant:	q. s.
		eau:	q. s. p. 100%
10	D	MICROPEARL® SQL:	5,00%
		LANOL® 1688:	2%

(Le MICROPEARL® SQL est un mélange de micro particules renfermant du squalane qui se libère sous l'action du massage; il est commercialisé par la société MATSUMO)

MODE OPERATOIRE

Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

15 **Exemple 12: Gel coup d'éclat**

FORMULE

20	A	Composé de l'exemple 1:	4%
		eau:	30%
	B	ELASTINE HPM:	5,0%
	C	MICROPEARL® M 100:	3%
		eau:	5%
	D	SEPICIDE® CI:	0,2%
		SEPICIDE® HB:	0,3%
		Parfum:	0,06%
		Sodium pyrrolidinonecarboxylate 50%:	1%
25		eau:	q. s. p. 100%

MODE OPERATOIRE

Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

30 **Exemple 13: Lait corporel**

FORMULE

5	A	SEPIPERL [®] N:	3,0%
		Triheptonate de glycérol	10,0%
	B	eau	q.s.p. 100%
	C	composé de l'exemple 1:	1,0%
	D	parfum:	q. s.
		conservateur:	q. s.

MODE OPERATOIRE

Fondre A à environ 75°C . Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D .

10 **Exemple 14: Emulsion démaquillante à l'huile d'amande douce**

FORMULE

15	MONTANOV [®] 68:	5%
	huile d'amandes douces:	5%
	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	0,3%
	glycérine:	5%
	conservateur:	0,2%
	parfum:	03%

Exemple 15: Crème hydratante pour peaux grasses

20 **FORMULE**

25	MONTANOV [®] 68:	5%
	cétylstéaryloctanoate:	8%
	octyl palmitate:	2%
	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	0,6%
	MICROPEARL [®] M100:	3,0%
30	Mucopolysaccharides:	5%
	SEPICIDE [®] HB:	0,8
	parfum:	03%

Exemple 16: Baume après-rasage apaisant sans alcool

FORMULE

	mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
	LANOL® 99:	2%
5	huile d'amandes douces:	0,5%
	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	3%
	SEPICIDE® HB:	0,3%
	SEPICIDE® CI:	0,2%
10	parfum:	0,4%

(Le LANOL® 99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC).

Exemple 17: Crème aux AHA pour peaux sensibles**FORMULE**

15	mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
	LANOL® 99:	2%
	MONTANOV® 68:	5,0%
	eau:	q.s.p. 100%
20	composé de l'exemple 1:	1,50%
	acide gluconique:	1,50%
	tri éthylamine:	0,9%
	SEPICIDE® HB:	0,3%
	SEPICIDE® CI:	0,2%
25	parfum:	0,4%

Exemple 18: Soin apaisant après soleil**FORMULE**

	mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
	aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
30	LANOL® 99:	10,0%

	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	2,50%
	SEPICIDE® HB:	0,3%
	SEPICIDE® CI:	0,2%
5	parfum:	0,4%
	colorant:	0,03%

Exemple 19: Lait démaquillant**FORMULE**

	SEPIPERL®N	3%
10	PRIMOL 352:	8,0%
	huile d'amandes douces:	2%
	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	0,8%
	conservateur:	0,2%

15 Exemple 20: Lait corporel**FORMULE**

	SEPIPERL®N:	3,5%
	LANOL® 37T:	8,0%
	SOLAGUM®L:	0,05%
20	eau:	q.s.p. 100%
	benzophénone:	2,0%
	diméthicone 350cPs:	0,05%
	composé de l'exemple 1:	0,8%
	conservateur:	0,2%
25	parfum:	0,4%

(Le LANOL® 37T est du triheptanoate de glycérol, commercialisé par la société SEPPIC).

(Le SOLAGUM®L, est un carraghénane commercialisé par la société SEPPIC).

30 Exemple 21: émulsion fluide à pH alcalin

MARCOL® 82:	5,0%
NaOH:	10,0%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	1,5%

5 (Le MARCOL® 82 est une huile paraffine commercialisée par la société ESSO)

Exemple 22: Fond de teint fluide

FORMULE

10	SIMULSOL® 165	5,0%
	LANOL® 84D:	8,0%
	LANOL® 99:	5,0%
	PECOSIL PS 100	1,5%
	eau:	q.s.p. 100%
	pigments et charges minérales:	10,0%
15	composé de l'exemple 1:	1,2%
	conservateur:	0,2%
	parfum:	0,4%

(Le LANOL® 84D est du dioctylmalate commercialisé par la société SEPPIC).

20 (Le PECOSIL PS 100 est un diméthicone copolyol phosphate commercialisé par la société SEPPIC)

Exemple 23: Lait solaire

FORMULE

25	SEPIPERL®N	3,5%
	LANOL® 37T:	10,0%
	PARSOL NOX®:	5,0%
	EUSOLEX® 4360:	2,0%
	eau:	q.s.p. 100%
	composé de l'exemple 1:	1,8%

conservateur: 0,2%

parfum: 0,4%

(Le PARSOL NOX® et l' EUSOLEX® 4360 sont deux filtres solaires commercialisés respectivement par les sociétés GIVAUDAN et MERCK).

5 **Exemple 24: Gel contour des yeux**

FORMULE

	composé de l'exemple 1:	2,0%
	Parfum:	0,06%
	Sodium pyrrolidinonecarboxylate:	0,2%
10	DOW CORNING® 245 FLuid	2,0%
	eau:	q. s. p. 100%

(Le DOW CORNING® 245 FLuid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société DOW CORNING):

Exemple 25: composition de soin non rincée

15 **FORMULE**

	composé de l'exemple 1:	1,5%
	Parfum:	q. s
	conservateur:	q. s.
	DOW CORNING® X2 8360:	5,0%
20	DOW CORNING® Q2 1401:	1 5, %
	eau:	q.s.p. 100%

(Le DOW CORNING® 245 Fluid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société DOW CORNING):

Exemple 26: gel amincissant

25	Composé de l'exemple 1	5 %
	Ethanol	30 %
	Menthol	0,1 %
	Caféine	2,5 %
	extrait de ruscus	2 %
30	extrait de lierre	2 %

2782086

21

SEPICIDE®HP

1 %

eau

q. s. p. 100 %

REVENDECATIONS

1. Composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), caractérisée en ce que ladite composition est un latex inverse
5 comprenant de 20% à 60% en poids, et de préférence de 25% à 45% en poids, d'un poly électrolyte anionique, branché ou réticulé, à base d'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique partiellement ou totalement salifié, co-polymérisé avec l'acrylate de (2-hydroxy éthyle).

2. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisée en ce
10 que 30% à 80%, de préférence 50% à 75%, des motifs monomériques que le poly électrolyte anionique comprend, est l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propane-sulfonique partiellement ou totalement salifié sous forme d'un sel de métal alcalin ou d'un sel d'ammonium.

3. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 ou 2, pour
15 laquelle le poly électrolyte anionique comporte en proportions molaires de 60% à 90% de sel de sodium ou de sel d'ammonium de l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propanesulfonique et de 10% à 40% d'acrylate de (2-hydroxy éthyle).

4. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à
20 3, caractérisé en ce que le poly électrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou poly éthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en œuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01% à 0,2%.

5. Composition telle que définie à la revendication 4, pour laquelle l'agent
25 de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi le diméthacrylate d'éthylène glycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylène glycol, le diallyl urée, le triméthylol propanetriacrylate, le méthylène bis(acrylamide) ou le chlorure de diallyl diméthyl ammonium..

6. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à
30 5, caractérisée en ce qu'elle contient de 2,5% à 15% en poids, et de préférence de 4% à 9% en poids, d'agents émulsifiants.

7. Composition telle que définie à la revendication 6, dans laquelle de 20% à 50%, notamment de 25% à 40% du poids total des agent émulsifiants présents sont du type eau dans huile (E/H) et dans laquelle de 80% à 50%, notamment de 75% à 60%, du poids total des agents émulsifiants, sont du type huile dans eau (H/E).

5 8. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%, de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

9. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle contient en outre un ou plusieurs additifs choisis notamment
10 parmi les agents complexant, les agents de transfert ou les agents limiteurs de chaînes.

10. Procédé de préparation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que

a) l'on émulsionne une solution aqueuse contenant les monomères et les éventuels additifs, dans une phase huile en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants
15 de type eau dans huile,

b) l'on amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler,

c) lorsque la réaction de polymérisation est terminée, l'on introduit un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

20 11. Variante du procédé tel que défini à la revendication 10, selon laquelle le milieu réactionnel issu de l'étape b), est concentré par distillation, avant la mise en œuvre de l'étape c).

12. Procédé tel que défini à l'une des revendications 10 ou 11 dans lequel la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydoréducteur, tel que le
25 couple hydroperoxyde de cumène -disulfite de sodium, à une température inférieure ou égale à 10°C, puis conduite de manière quasi adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 50°C.

13. Procédé tel que défini à l'une des revendications 10 à 12, dans lequel la solution aqueuse de départ est ajustée à un pH inférieur ou égal à 3,5 avant la mise en
30 œuvre de l'étape c).

14. Utilisation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 9 pour préparer une composition topique cosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique.

5 15. Composition cosmétique, dermopharmaceutique ou pharmaceutique comprenant de 0,1 % à 10 % en poids d'un latex inverse tel que défini à l'une des revendications 1 à 9.

16. Composition telle que définie à la revendication 15, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'une crème, d'un savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampoing ou d'un après shampoing.

10 17. Composition apaisante pour peau sensible comprenant un latex inverse tel que défini à l'une des revendications 1 à 16 et un ou plusieurs aminoacides N-acylés.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2782086

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national
FA 562265
FR 9809999

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	US 5 185 395 A (ROBINSON PETER M ET AL) 9 février 1993	1, 6, 8-10, 13
Y	* le document en entier *	1, 14-16
Y	EP 0 793 957 A (OREAL) 10 septembre 1997 * revendications 13, 14, 20 * * page 3, ligne 35 - ligne 47 *	1, 14-16
A	US 4 539 368 A (DUNCAN JOHN J ET AL) 3 septembre 1985 * colonne 2, ligne 20 - colonne 3, ligne 67 * * revendication 1 * * exemple 2 *	1
A	WO 92 03498 A (EXXON CHEMICAL PATENTS INC) 5 mars 1992 * page 5, ligne 1 - page 9, ligne 6 * * revendications 1, 2, 7 *	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL. 6)
		C08F A61K
Date d'achèvement de la recherche 28 avril 1999		Examineur Gamb, V
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

3

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)